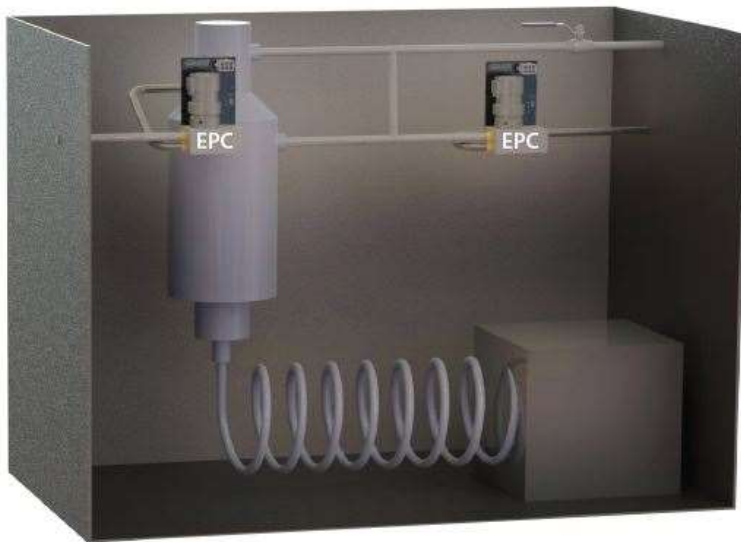


Onsite – Überprüfung und Fehlersuche bei Druck- und Durchflussparametern der Gaschromatographen



Gaschromatographen (GCs) erkennen Materialien auf molekularer Ebene, indem sie eine Probe des Materials erstellen, die mit einem Trägergasstrom in den GC "getragen" wird. Der Trägergasstrom, der in der Regel bei einem Wert von etwa 20-30 ml/min liegt, wird in kleine Kapillarströmungsrohre in der analytischen Säule geleitet. Durch die unterschiedlichen Wechselwirkungen mit dem Säulenmaterial splitten sich die einzelnen Bestandteile auf und bewegen sich danach mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten.

Wenn sie zum Schluss die Detektoren passieren, werden die getrennten Materialien dort als einzelne Peaks erfasst und quantifiziert. Die Träger- und Kapillarflussraten sind für die korrekte Leistung des Gaschromatographen entscheidend. Durchflussmassen, Volumina und Drücke durch die verschiedenen Gasströmungspfade variieren je nach Herstellerangaben. Wichtig ist aber, dass sie nach den Vorgaben präzise eingehalten werden.

Ansteigender Druck oder Durchfluss können abnehmende Retentionszeiten verursachen. Ein driftender oder unstabiler Druckregler führt zu nicht reproduzierbaren Retentionszeiten, während ansteigende Retentionszeiten auf ein Trägergasleck hindeuten könnten. Solche Störungen sollte möglichst früh erkannt werden, um Septim und Säulenverbindungen entsprechend zu prüfen und das Problem zu beheben. Zuverlässige und exakte Druck- und Durchflussregelungen sind also äußerst wichtig.

Ein zu hoher Säulenfluss führt zu einer raschen Peakverbreiterung und eine zu hohe Einspritzmenge zu einem Tailing (Asymmetrie) der Peaks. Ein zu hoher oder zu niedriger Durchfluss des Verbrennungsgases kann auch Signalauschen verursachen.

Zusätzlich ist auch die Temperatur ein Einflussfaktor, und zwar nicht nur die Säulentemperatur, die den Prozess direkt beeinflusst, sondern auch die Raumtemperatur.

Diese sollte stabil gehalten werden, falls der Druckregler keine geeignete Kompensation besitzt, da sich sonst Temperaturschwankungen auch auf die Druckregelung auswirken können. Die Folge könnten sinusförmige Langzeitschwankungen im Signal sein.

Außerdem kann eine nicht gleichmäßige Probenahme bei einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor rechteckförmige Signalschwankungen verursachen.

Das sogenannte Make-up-Gas aus der Säule hat auch noch eine weitere wichtige Funktion. Es sorgt für eine Kühlung des Detektors und ist damit auch für die Lebensdauer des FID verantwortlich.



Um all diese Parameter angemessen zu regeln, werden unter anderem vielseitige Geräte für die Druck- und Durchflussregelung benötigt, die in der Anlage verbaut sind. Für diese stehen zum Einbau in die Anlage von Alicat verschiedene Typen von Massendurchfluss- und Druckreglern zur Verfügung, sowohl in Vollversion mit Multiparameter-Anzeige (links), also auch als OEM-Version zum Einbau in die Anlage (rechts). Zudem ist bei Alicat eine schnelle Temperaturkompensation bereits in den Reglern integriert.



Aber nicht nur eine hochwertige Ausrüstung der Anlage ist wichtig.

Was tun, wenn eine oder mehrere der genannten Signalstörungen beim Betrieb auftreten?

Dann wird oft eine mobile Hilfe zur Fehlersuche benötigt, mit der bei Auftritt der oben genannten Fehlersignale effektiv und schnell nach der Ursache gesucht werden kann. Die Prüfung von Drücken, Temperaturen und Massendurchflüssen kann natürlich nicht alle Probleme aufdecken, da es noch eine Reihe weiterer Einflussfaktoren in der Handhabung eines GC gibt. Aber wie oben beschrieben sind sie für einen Großteil der Ursachen verantwortlich und daher ein guter Punkt, mit der Fehlersuche zu beginnen.

Das hochgenaue Alicat Massendurchfluss-Handprüfgerät ist mit 18 Stunden Betriebslaufzeit mit einer Akkuladung den ganzen Tag einsatzbereit. Es ist vielseitig für alle oben genannten Prüfungen (Druck, Temperatur, Massendurchfluss und Volumenstrom) einsetzbar, so dass Sie Ihre Systemfehler schnell finden und beheben können.

Der tragbare Alicat-Massendurchflussmesser erfüllt zum Beispiel folgende Aufgaben:

- Überprüfung der Massenmessung am Eingang und am Entlüfter des GC
- Überprüfung der volumetrischen Messung an der Entlüftung des GC
- Überprüfung des Drucks am Einlass und Auslass des GC

Mit der Gas Select™ - Feldauswahl für 30 der häufigsten Gase haben Sie es schnell auf das erforderliche Gas eingestellt.

Wichtig: Die Umrechnung zwischen den Gasen wird bei Alicat nicht mit Anpassungsfaktoren durchgeführt, die besonders bei kleinen Mengen zu großen Ungenauigkeiten führen. In diesem Gerät sind die kompletten Kalibrierkurven nach NIST für die entsprechenden Gase hinterlegt, so dass Ihre Messgenauigkeit unter einem Gaswechsel nicht leidet.

Mit einer Genauigkeit von 0,8% des Messwerts + 0,2% des Messbereichs, sowie einer Wiederholgenauigkeit von 0,2% ist die erforderliche Genauigkeit für diese Prüfungen gegeben.

Die Einstellung auf Druck- und Temperaturänderungen erfolgt in wenigen Millisekunden (für die Durchflussmessung beträgt die Reaktion ca. 10 ms). Durch den großen Messbereich von 100: 1 können diese Einheiten sowohl den Kapillar- als auch den Trägergas-Durchflussbereich abdecken.

Die Signalverarbeitung kann über ein RS-232 serielles Interface erfolgen, über das Sie alle Parameter und das ausgewählte Gas zur Datenprotokollierung an einen beliebigen PC, PDA oder ein anderes Gerät weiterleiten können.

Diese vielfältigen Funktionen, die in einem kompakten, tragbaren Instrument integriert sind, bieten Ihnen ein unschätzbare Werkzeug bei der Überprüfung und Fehlersuche im GC-Betrieb.

Für technische Beratung und Distribution in Deutschland steht Ihnen das Team der [TrigasDM GmbH](#) gerne zur Verfügung.



By Anita Renc, Director Sales & Marketing, TrigasDM GmbH / TrigasFI GmbH

Quellen: [Fraunhofer Institut für Verfahrenstechnik](#), [Uni Hohenheim](#), [Alicat Scientific](#)